



①9 **BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 199 24 435 A 1**

⑤① Int. Cl.<sup>7</sup>:  
**B 01 D 39/04**  
B 01 D 39/16  
B 01 D 39/18

②① Aktenzeichen: 199 24 435.9  
②② Anmeldetag: 28. 5. 1999  
④③ Offenlegungstag: 30. 11. 2000

**DE 199 24 435 A 1**

⑦① **Anmelder:**  
EISU Innovative Gesellschaft für Technik und  
Umweltschutz mbH, 06766 Wolfen, DE  
  
⑦④ **Vertreter:**  
Tragsdorf, B., Dipl.-Ing. Pat.-Ing., Pat.-Anw., 06844  
Dessau

⑦② **Erfinder:**  
Pieschel, Friedemann, Dr., 06766 Wolfen, DE;  
Knieling, Michael, Dr., 10179 Berlin, DE; Lange,  
Eckhard, 06846 Dessau, DE

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

- ⑤④ Filter aus Filterpapier oder papierartigem Vliesstoff  
⑤⑦ Die Erfindung betrifft Filter aus Filterpapier oder aus  
papierartigem Vliesstoff, die teilweise oder vollständig  
aus faserförmigem cellulosehaltigen Material bestehen.  
Ausgehend von den Nachteilen des bekannten Standes  
der Technik, sollen Filter geschaffen werden, die sich  
durch eine hohe Filterkapazität auszeichnen und zusätz-  
lich noch in der Lage sind, unerwünschte Fremd- oder Be-  
gleitstoffe im Filtermedium aufzunehmen und zu binden.  
Als Lösung wird ein Filter vorgeschlagen, bei dem das  
cellulosehaltige Material zumindest teilweise mit Harn-  
stoff carbamidiert und mit Phosphorsäure oder Ammoni-  
umphosphat phosphoryliert ist, bis zu einem in Form von  
Carbamidgruppen vorliegenden Stickstoffgehalt von 1  
bis 4% und einem Phosphorgehalt von 3 bis 8%. Ferner  
wird ein geeignetes Herstellungsverfahren vorgeschla-  
gen.

**DE 199 24 435 A 1**

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft Filter aus Filterpapier oder aus papierartigem Vliesstoff, die teilweise oder vollständig aus faserförmigem cellulosehaltigem Material bestehen.

Filterpapier ist aus Zellstoff, Kunststoff- oder Glasfasern hergestelltes Papier für die Filtration in Haushalt, Technik und für Analysen. Papierartige Vliesstoffe sind Verbundstoffe aus faserförmigem cellulosehaltigem Material. Aus Filterpapier oder papierartigem Vliesstoff werden z. B. Filtertüten oder durch Wickeln oder Falten Filterpatronen hergestellt. Die so hergestellten Filter werden nach einmaligem Gebrauch weggeworfen. Bei den als Wegwerfartikel zur Anwendung kommenden Filtern ist es erstrebenswert, daß diese aus Umweltschutzgründen biologisch abbaubar sind. Dies wird aber nur erreicht, wenn die Filter ausschließlich aus Cellulose bestehen.

Im allgemeinen dienen Filter zum Abtrennen von Feststoffpartikeln von Gasen oder Flüssigkeiten. Insbesondere bei der Filtration wäßriger Medien ist es jedoch häufig erstrebenswert, auch bestimmte Ionen mit abzutrennen, entweder um einen zusätzlichen Reinigungseffekt zu erzielen, oder eine Anreicherung im Filterpapier zu erzielen. Das betrifft besonders toxische Schwermetalle sowie Härtebildner im Trinkwasser und die Konzentrierung von Metallspuren aus größeren Wasserproben zur einfacheren analytischen Erfassung.

Bisher sind keine Fasern für Filtermaterialien bekannt, die einerseits eine ausreichende Kapazität zur Aufnahme von Härtebildnern aufweisen, um bei üblichen Wasserhärten eine nennenswerte Verbesserung bei der Getränkebereitung zu leisten und andererseits Schwermetalle hinreichend fest zu binden, um bei den möglichen geringen Konzentrationen eine merkliche Geschmacksverbesserung zu bewirken. Handelsübliche Systeme zur Verbesserung der Trinkwasserqualität haben daher als Kernstück eine mit Ionenaustauschern gefüllte Patrone. Derartige Patronen bringen aber bekanntlich Probleme durch die Vermehrung von Keimen, wenn das wassergefüllte System nicht durchströmt wird und belasten die Umwelt durch ihr nur unvollständig zu realisierendes Recycling.

Der Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, Filter aus Filterpapier oder papierartigem Vliesstoff zu schaffen, die sich durch eine hohe Filterkapazität auszeichnen und zusätzlich in der Lage sind, unerwünschte Fremd- oder Begleitstoffe im Filtermedium, wie z. B. Härtebildner oder Schwermetalle, aufzunehmen und zu binden. Ferner ist es Aufgabe der Erfindung geeignete Verfahrensweisen zur Herstellung der Filter zu schaffen.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe durch die im Anspruch 1 angegebenen Merkmale gelöst. Die Merkmale zu den vorgeschlagenen Verfahrensweisen zur Herstellung der Filter sind Gegenstand der Ansprüche 2 bis 13.

Die Filter aus Filterpapier oder papierartigem Vliesstoff bestehen teilweise oder vollständig aus faserförmigem cellulosehaltigem Material. Durch eine spezielle Behandlung des cellulosehaltigen Materials, entweder vor oder nach der Herstellung des Filterpapiers, werden die Eigenschaften der Filter wesentlich verbessert. Erfindungsgemäß erfolgt die Behandlung derart, daß das cellulosehaltige Material zumindest teilweise mit Harnstoff bis zu einem in Aminomethansäureestergruppen (Carbamidgruppen) gebundenen Stickstoffgehalt von 1 bis 4% carbamidiert und mit Phosphorsäure oder Ammoniumphosphat bis zu einem Phosphorgehalt von 3 bis 8% phosphoryliert ist.

Aus so modifiziertem cellulosehaltigem Material hergestellte Filter besitzen außer einer hohen Filterkapazität zusätzlich noch die besonderen Eigenschaften, Härtebildner

sowie toxische und geschmacksbeeinträchtigende Schwermetalle zu binden. Durch diese Behandlung wird auch eine verbesserte Quellbarkeit der Cellulosefasern und dadurch ein breiteres Anwendungsgebiet für die Filter erreicht. Diese können bevorzugt zur Abtrennung mechanischer Verunreinigungen aus Flüssigkeiten und Gasen eingesetzt werden. Im Falle zu filtrierender wäßriger Lösungen besitzen die Filter die vorteilhafte Eigenschaft, die Kationen ionenbildender Verunreinigungen gegen Natrium oder Ammoniumionen auszutauschen.

Aufgenommen werden insbesondere mehrwertige Kationen (Härtebildner, Schwermetalle usw.) aber auch kationische Tenside, quarternäre organische Ammoniumverbindungen usw. Andere Einsatzgebiete sind die Entstaubung, Wassertechnik, insbesondere in Wasserleitungen, als Luft-, Kaffee-, Rauch- oder Staubfilter.

Aus den behandelten Cellulosefasern können in an sich bekannter Weise Filterpapier oder papierartiger Vliesstoff entweder ausschließlich aus Cellulosefasern oder in Abmischungen mit anderen geeigneten Ausgangsstoffen für derartige Filter, wie z. B. Kunststoffen oder Glasfasern, hergestellt werden.

Aus dem Filterpapier oder dem papierartigen Vliesstoff können dann unterschiedliche Arten von Filtern produziert werden, wie z. B. Filtertüten oder Patronenfilter. Die Filter werden in der Regel als Einwegfilter verwendet. Filter, die ausschließlich aus Cellulose und/oder dem erfindungsgemäß modifizierten cellulosehaltigen Material bestehen, haben den Vorteil, daß sie biologisch vollständig abbaubar sind.

Als Cellulosefasern können alle für die Papierherstellung geeigneten Fasern mit einem hohen Cellulosegehalt, wie z. B. Baumwoll-Linters, Sulfat- und Sulfat-Zellstoffe aus verschiedenen Hölzern, Recyclingfasern aus Altpapier, eingesetzt werden.

Hinsichtlich der durchzuführenden Phosphorylierungs- und Carbamidierungsreaktionen ergeben sich folgende Möglichkeiten:

- Behandlung des gesamten cellulosehaltigen Ausgangsmaterials vor der Herstellung des Filterpapiers oder des papierhaltigen Vliesstoffes;
- Behandlung einer Teilmenge des erforderlichen Ausgangsmaterials an Cellulose vor der Herstellung des Filterpapiers bzw. des papierartigen Vliesstoffes und nachfolgendem Abmischen dieser Teilmenge mit unbehandeltem cellulosehaltigem Fasermaterial und
- Herstellung des Filterpapiers oder des papierartigen Vliesstoffes in an sich bekannter Art und Weise und nachträgliche Behandlung der Filterpapier- oder Vliesstoffbahn durch die Phosphorylierung und Carbamidierung.

In Abhängigkeit vom Einsatzzweck der Filter können verschiedene Phosphorylierungs- und Carbamidierungsgrade innerhalb der angegebenen Bereichsgrenzen für den Stickstoff- und den Phosphorgehalt eingestellt werden.

Die Phosphorylierung und Carbamidierung des cellulosehaltigen Ausgangsmaterials für die Herstellung des Filterpapiers oder des papierartigen Vliesstoffes wird unter folgenden Bedingungen durchgeführt.

Wesentlich ist, daß das cellulosehaltige Fasermaterial vor der Phosphorylierungs- und Carbamidierungsreaktion in eine besonders reaktionsfähige Form gebracht wird.

Diese sogenannte Aktivierung erfolgt durch Einstellen eines Feuchtigkeitsgehaltes der cellulosehaltigen Fasern auf einen Wert von über 30%, insbesondere durch Zugabe von Wasser. Das cellulosehaltige Ausgangsmaterial hat übli-

cherweise bereits einen Wassergehalt von 5 bis 25%. Um die gewünschte Aktivierung zu erreichen, ist es erforderlich, daß das cellulosehaltige Fasermaterial über einen längeren Zeitraum der Einwirkung von Wasser ausgesetzt wird. Die Zeitdauer ist im wesentlichen abhängig vom bereits vorliegenden Feuchtigkeitsgehalt des Materials.

Die Reaktionspartner Phosphorsäure oder Ammoniumphosphat und Harnstoff müssen in das cellulosehaltige Material so eingemischt werden, daß diese nach Beendigung des Mischprozesses gleichmäßig verteilt vorliegen. Neben der erwähnten Aktivierung ist besonders auf eine gleichmäßige Verteilung der Reaktionspartner in dem cellulosehaltigen Fasermaterial zu achten.

Eine unbedingte Notwendigkeit der Einhaltung einer bestimmten Reihenfolge bei der Zugabe der Reaktionspartner besteht nicht.

Die Aktivierung kann vorteilhaft mit dem Vermischen mit Harnstoff und/oder Phosphorsäure oder Ammoniumphosphat kombiniert werden. Aus den zuzusetzenden Mengen an Harnstoff und/oder Phosphorsäure oder Ammoniumphosphat und der für die Aktivierung vorbestimmten Wassermenge wird gegebenenfalls unter Erwärmen bis auf eine Temperatur von 60°C eine klare Lösung dieser Komponenten gebildet, die an Stelle von Wasser zur Aktivierung des cellulosehaltigen Fasermaterials eingesetzt wird. Während der Aktivierungszeit muß darauf geachtet werden, daß kein Wasserverlust eintritt.

Ein wesentlicher Verfahrensschritt besteht darin, daß vor der eigentlichen Phosphorylierung und Carbamidierung die im Reaktionsgemisch zwecks Aktivierung vorhandene Feuchtigkeit nahezu vollständig ausgetrieben wird. Dies erfolgt durch Erhitzen des Gemisches auf Temperaturen von 60 bis 100°C und gleichzeitiges Anlegen von Vakuum. Erst wenn das Wasser abdestilliert ist, darf die nachfolgende Phosphorylierungs- und Carbamidierungsreaktion eingeleitet werden, die ebenfalls unter Vakuum durchgeführt wird.

Die Durchführung dieser Reaktion unter Vakuum führt zu einer Reihe von entscheidenden Vorteilen. Von großer Bedeutung ist die gegenüber der Durchführung unter Normaldruck möglich Absenkung der Reaktionstemperatur um etwa 40°C. Dadurch werden Nebenreaktionen von Phosphorsäure oder Ammoniumphosphat und Harnstoff deutlich vermindert sowie Zersetzungsreaktionen der cellulosehaltigen Fasermaterialien unterdrückt. So ist es möglich, die Einsatzmengen der Reaktionskomponenten Harnstoff und Phosphorsäure oder Ammoniumphosphat zu verringern. Infolge der niedrigen Reaktionstemperaturen und der geringen Einsatzmengen an Phosphorsäure bzw. Ammoniumphosphat und Harnstoff wird eine schonende Behandlung des cellulosehaltigen Materials während der Durchführung der Phosphorylierung und Carbamidierung gewährleistet. Dadurch bleiben die Strukturen und mechanischen Eigenschaften der cellulosehaltigen Fasermaterialien bei der Umsetzung weitgehend erhalten, was für die Papier- oder Vlieserzeugung sehr wichtig ist.

Weiterhin ist es wichtig, Reaktionszeiten von mindestens 15 Minuten einzuhalten. Bei geringeren Reaktionszeiten wird z. B. die eingesetzte Phosphorsäure unvollständig umgesetzt, und insbesondere ist der Stickstoffgehalt zu niedrig. Außerdem hat sich herausgestellt, daß nach zu langen Reaktionszeiten, d. h. oberhalb vier Stunden, die Sorptionskapazität deutlich nachläßt, wobei offensichtlich die bekannten Kondensationsreaktionen der Phosphatgruppen untereinander zu Diphosphaten usw. ablaufen.

Nach Beendigung der Reaktionszeit wird das Reaktionsprodukt in an sich bekannter Weise auf Normaltemperatur abgekühlt, und die Verunreinigungen werden ausgewaschen.

Als Phosphorsäure kann jede beliebige technische Qualität, insbesondere die handelsübliche 85%ige, eingesetzt werden. An Stelle aller oder eines Teils der Phosphorsäure können auch äquivalente Mengen der Ammoniumphosphate eingesetzt werden. Harnstoff eignet sich vorzugsweise in prillierter Form, jedoch ist auch jede andere technische Handelsware geeignet.

Entsprechend der vorgeschlagenen Verfahrensweise führen bereits geringe Einsatzmengen an Harnstoff und Phosphorsäure oder Ammoniumphosphat zu Fasern mit hoher Sorptionsleistung. Dies betrifft sowohl die Sorptionskapazität als auch die Festigkeit, mit der insbesondere Schwermetalle gebunden werden.

Die Phosphorylierung und Carbamidierung von bereits hergestelltem bahnförmigem Filterpapier oder papierartigem Vliesstoff aus cellulosehaltigem Material erfolgt unter folgenden Bedingungen. Dieses Ausgangsmaterial wird mit einer Lösung von Phosphorsäure und/oder Ammoniumphosphat in Wasser in einem Molverhältnis Harnstoff zu Phosphor von 2,5 : 1 bis 4,5 : 1 behandelt, wobei die Wassermenge so eingestellt wird, daß im cellulosehaltigen Ausgangsmaterial 1 bis 8 Mol Phosphor je kg Cellulose verbleiben. Das Ausgangsmaterial kann ein- oder beidseitig durch Bestreichen mit der Lösung behandelt werden oder wird innerhalb einer taktweise arbeitenden Anlage in einem Lösungsbad getränkt.

Durch eine nachfolgende Vakuumbehandlung bei gleichzeitiger Erwärmung des Ausgangsmaterials auf eine Temperatur von 60 bis 100°C wird das Wasser vollständig ausgetrieben. Danach erfolgt die Phosphorylierung und Carbamidierung, ebenfalls unter Vakuum und bei einer Temperatur 125 bis 155°C, während einer Reaktionszeit von mindestens 15 Minuten.

Das phosphorylierte und carbamidierte Ausgangsmaterial wird anschließend abgekühlt, phosphatfrei gewaschen und abschließend getrocknet. Aus dem modifizierten Filterpapier bzw. Vliesstoff werden dann in an sich bekannter Weise die jeweiligen Filter durch Ausstanzen, Falten und Wickeln hergestellt.

Bei Filtern, die im Trinkwasserbereich eingesetzt werden, wird vor dem Waschen und Trocknen des phosphorylierten und carbamidierten cellulosehaltigen Materials die vorliegende Ammonium-Form durch Behandlung mit einer Kochsalzlösung in die Natrium-Form überführt. Die Behandlung erfolgt entweder an modifizierten Fasern vor der eigentlichen Papierherstellung oder an dem modifizierten Filterpapier bzw. dem Vliesstoff.

#### Beispiel 1

100 g als pappartige Bahnen vorliegende Baumwoll-Linters (Linters 503 der Fa. Buckeye Mephis) wurden in Stücke zerschnitten und mit einer bei 60°C erzeugten Lösung aus 74,7 ml Wasser, 61,4 g 85%iger Phosphorsäure und 111,3 g Harnstoff in einer Schale übergossen und des öfteren umgeschwenkt. Nachdem die Lösung vollständig und gleichmäßig aufgesogen war, wurde luftdicht abgedeckt und eine Stunde bei Zimmertemperatur aufbewahrt. Anschließend wurde die Schale in einen Vakuumtrockenschrank gestellt, ein Vakuum von 40 Torr angelegt und bei 90 bis 100°C getrocknet. Als kein Wasserdampf mehr abzusaugen war, wurde die Temperatur auf 140°C gesteigert und 1,5 Stunden gehalten, wobei das Vakuum aufrechterhalten wurde. Es ergaben sich 191,8 g eines äußerlich unveränderten Reaktionsproduktes, das in Wasser angerührt, abfiltriert und bis zur Phosphatfreiheit des Waschwassers gewaschen wurde. Das Produkt wurde im Trockenschrank bei 110°C getrocknet, wobei sich 149,3 g Ausbeute ergaben.

Eine Probe des so gewonnenen Fasermaterials wurde durch Waschen mit konzentrierter Kochsalzlösung von der Ammonium-Form in die Natrium-Form überführt, salzfrei gewaschen und anschließend getrocknet. Die Elementaranalyse dieser Probe ergab einen Phosphorgehalt von 5,6% und einen Stickstoffgehalt von 1,3%.

Das so hergestellte Fasermaterial wurden nachfolgend auf seine Sorptionseigenschaften untersucht.

Die Bestimmung der Sorptionsgleichgewichtsdaten erfolgte nach folgender Methode: 250 ml Maßkolben wurden mit den Faserproben (0,1 bis 0,025 g) und jeweils 1 bis 5 ml m/10 Lösungen von Salzen der Metalle Cu, und Ca beschickt, aufgefüllt, mit Magnetührstab versehen und 3 Stunden bei Zimmertemperatur gerührt. Nach dem Absitzen wurden die Lösungen dekantiert, ihr pH bestimmt und komplexometrisch ihr Metallgehalt ermittelt. Aus den so erhaltenen Gleichgewichtskonzentrationen in der Lösung und der durch die Zugabe von Metallsalzlösungen festgelegten Ausgangskonzentrationen wurden die Gleichgewichtskonzentrationen an der Faser errechnet. Durch Zugabe entsprechender Mengen Salpetersäure vor dem Auffüllen der Maßkolben wurde pH = 4,5 bei der Sorption eingestellt. Mehrere Kontrollmessungen der Gleichgewichtskonzentrationen in der Lösung mittels Atomabsorptionsspektroskopie (AAS) ergaben Abweichungen im Bereich der Meßgenauigkeit und bestätigten so die Verlässlichkeit komplexometrischer Analysen bei den Sorptionsuntersuchungen.

Die so ermittelte Sorptions-Kapazitäten betrug für Kupfer 100,1 mg Cu/g Faser und für Calcium 62,9 mg Ca/g Faser.

Die Festigkeit der Sorption wurde an Hand der Gleichgewichtsdaten bei niedrigen Gleichgewichtskonzentrationen (unter 10 mg/l) in der Lösung bestimmt (ebenfalls bei Zimmertemperatur und pH 4, 5). Zur besseren Übersichtlichkeit der Daten wurde der an sich übliche metallspezifische Gleichgewichtskoeffizient  $K_{Me}$  nach der Formel

$$K_{Me} = C_s/C_l$$

berechnet.

Dabei ist  $C_s$  die Gleichgewichtsmetallkonzentration im Sorbens in mg/g und  $C_l$  die Gleichgewichtskonzentration an Metall in der Lösung in mg/l.

Für die Faserprobe ergab sich

$$K_{Cu} = 47 \text{ l/g}$$

Die Faserprobe wurde mit der gleichen Gewichtsmenge unbehandelter Baumwoll-Linters vermischt und in herkömmlicher Weise zu einem Filterpapier verarbeitet. Ein 1,5 g schweres Stück (12 cm Durchmesser) davon wurde zum Filtrieren von einem Liter eines Leitungswassers mit 10,1°dH und einem Kupfergehalt von 0,3 mg/l benutzt. Es resultierte ein Filtrat mit 0,4°dH und einem Kupfergehalt von 0,01 mg/l.

#### Beispiel 2

100 g Filterpapier bestehend aus Fichtenzellstoff für Laborzwecke, die als Blätter im A4-Format vorlagen, wurden auf eine Unterlage gelegt und gleichmäßig mit einer Lösung von 28,3 g Ammoniumphosphat und 50,9 g Harnstoff in 126 ml Wasser bestrichen, wobei die gesamte Lösungsmenge verbraucht wurde. Nach 30 Minuten wurden die Unterlagen mit den Blättern in einen Vakuumtrockenschrank gelegt, ein Vakuum von 50 Torr angelegt und durch Erwärmen auf 100°C alles Wasser ausgetrieben. Es wurde binnen 30 Minuten auf 155°C erhitzt, diese Temperatur 30 Minuten gehalten, dann rasch belüftet und abgekühlt. Es resultierten

137,7 g Produkt, das durch vorsichtiges Waschen unter Erhalt der ursprünglichen Form phosphatfrei gewaschen werden konnte. Nach dem Trocknen der Blätter bei 110°C im normalen Trockenschrank resultierten 121,0 g behandeltes Filterpapier.

Die Elementaranalyse nach dem Überführen in die Na-Form wie in Beispiel 1 ergab einen Phosphorgehalt von 3,3% und einen Stickstoffgehalt von 1,9%.

Die analog Beispiel 1 ermittelte Sorptionskapazität ergab für Kupfer 66,7 mg Cu/g Filter und für Calcium 44,1 mg Ca/g Filter. Der Gleichgewichtskoeffizient für Kupfer beträgt

$$K_{Cu} = 46 \text{ l/g.}$$

Durch einen aus dem Produkt geschnittenen Rundfilter von 10 cm Durchmesser mit einem Gewicht von 1,9 g wurde 1 Liter Leitungswasser mit einer Härte von 16,2°dH und 0,1 mg Kupfer/l filtriert. Das Filtrat wies nur noch eine Härte von 4,6°dH auf und der Kupfergehalt war auf 0,005 mg Cu/l gesunken.

#### Patentansprüche

1. Filter aus Filterpapier oder papierartigem Vliesstoff, die teilweise oder vollständig aus faserförmigem cellulosehaltigem Material bestehen, **dadurch gekennzeichnet**, daß das cellulosehaltige Material zumindest teilweise mit Harnstoff carbamidiert und mit Phosphorsäure oder Ammoniumphosphat phosphoryliert ist, bis zu einem in Form von Carbamidgruppen vorliegenden Stickstoffgehalt von 1 bis 4% und einem Phosphorgehalt von 3 bis 8%.

2. Verfahren zur Herstellung von Filterpapier oder papierartigem Vliesstoff aus faserförmigem cellulosehaltigem Material für Filter nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch folgende Verfahrensschritte:

- Aktivierung des cellulosehaltigen Materials, indem dieses auf einen Feuchtigkeitsgehalt von 30 bis 100% eingestellt wird und dieser während einer Zeitdauer von mindestens einer Stunde aufrechterhalten wird,
- Zugabe von Phosphorsäure oder Ammoniumphosphat in einer Menge von 1 bis 8 Mol je kg wasserfreiem cellulosehaltigem Material,
- Zugabe von Harnstoff in einem Molverhältnis zu Phosphorsäure oder Ammoniumphosphat von 2,5 : 1 bis 4,5 : 1,
- Vermischen der Komponenten Harnstoff und Phosphorsäure oder Ammoniumphosphat mit dem aktivierten cellulosehaltigen Material, solange bis die Komponenten gleichmäßig verteilt sind,
- Verdampfen der in dem gemäß den Verfahrensschritten a) bis d) gebildeten Gemisch enthaltenen Feuchtigkeit durch Erhitzen des Gemisches auf eine Temperatur von 60 bis 100°C bei gleichzeitigem Anlegen eines Vakuums,
- Durchführung einer Phosphorylierung und Carbamidierung durch Erhitzen des Gemisches auf eine Temperatur von 125 bis 145°C bei gleichzeitigem Anlegen eines Vakuums unter Einhaltung einer Reaktionszeit von ein bis vier Stunden und
- Abkühlung des Reaktionsproduktes auf Normaltemperatur und Auswaschen der Verunreinigungen.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet

net, daß zur Aktivierung des cellulosehaltigen Materials diesem eine vorbestimmte Menge an Wasser zugesetzt wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß dem aktivierten cellulosehaltigen Material zuerst die Phosphorsäure oder Ammoniumphosphat zugesetzt und gleichmäßig verteilt wird und anschließend der Harnstoff.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Mischzeiten zum Einmischen der Phosphorsäure oder Ammoniumphosphat und des Harnstoffes jeweils mindestens 15 min betragen.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Reaktionskomponenten Phosphorsäure oder Ammoniumphosphat und Harnstoff bei Raumtemperatur mit dem cellulosehaltigen Material vermischt werden.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß Phosphorsäure oder Ammoniumphosphat und/oder Harnstoff mit der zur Aktivierung bestimmten Wassermenge vermischt werden und die so erhaltende Lösung zur Aktivierung mit dem cellulosehaltigen Material vermischt wird.

8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Vermischen der Phosphorsäure oder Ammoniumphosphat und/oder des Harnstoffes mit dem Wasser unter Erwärmen auf Temperaturen bis zu 60°C durchgeführt wird.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, daß das cellulosehaltige Material vor der Aktivierung auf die Temperatur der Lösung von Harnstoff und/oder Phosphorsäure oder Ammoniumphosphat in Wasser erwärmt wird.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß das cellulosehaltige Material aus einem Gemisch verschiedener Materialien gebildet wird.

11. Verfahren zur Herstellung von Filterpapier oder papierartigem Vliesstoff aus faserförmigem cellulosehaltigem Material für Filter nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch folgende Verfahrensschritte:

a) Herstellung von cellulosehaltigem Filterpapier oder papierartigem Vliesstoff als bahn- oder blattförmiges Ausgangsmaterial in an sich bekannter Weise,

b) Behandeln des nach Verfahrensschritt a) erhaltenen Ausgangsmaterials mit einer Lösung von Harnstoff und Phosphorsäure und/oder Ammoniumphosphat in Wasser in einem Molverhältnis Harnstoff zu Phosphor von 2,5 : 1 bis 4,5 : 1, wobei die Wassermenge so eingestellt wird, daß im cellulosehaltigen Ausgangsmaterial 1 bis 8 Mol Phosphor je kg Cellulose verbleiben,

c) einer nachfolgenden Vakuumbehandlung und Erwärmung des Ausgangsmaterials auf eine Temperatur von 60 bis 100°C, um das Wasser vollständig auszutreiben,

d) Durchführung einer Phosphorylierung und Carbamidierung des gemäß den Verfahrensschritten b) und c) behandelten Ausgangsmaterials bei einer Temperatur von 125 bis 155°C unter Vakuum und während einer Reaktionszeit von mindestens 15 Minuten und

e) anschließendem Abkühlen und phosphatfrei Waschen und abschließendem Trocknen des behandelten Ausgangsmaterials.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 11, da-

durch gekennzeichnet, daß das angelegte Vakuum auf einen Wert von 50 bis 200 Torr eingestellt wird.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß das phosphorylierte und carbamidierte cellulosehaltige Fasermaterial vor dem Waschen und Trocknen durch Behandlung mit einer Kochsalzlösung von der Ammonium-Form in die Natrium-Form umgewandelt wird.

- Leerseite -